

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5264035号
(P5264035)

(45) 発行日 平成25年8月14日(2013.8.14)

(24) 登録日 平成25年5月10日(2013.5.10)

(51) Int.Cl.

F I

C O 7 D 307/89

(2006.01)

C O 7 D 307/89

C

C O 7 B 61/00

(2006.01)

C O 7 B 61/00

3 0 0

請求項の数 6 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2002-521175 (P2002-521175)
 (86) (22) 出願日 平成13年8月20日 (2001.8.20)
 (65) 公表番号 特表2004-506706 (P2004-506706A)
 (43) 公表日 平成16年3月4日 (2004.3.4)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2001/009584
 (87) 国際公開番号 W02002/016299
 (87) 国際公開日 平成14年2月28日 (2002.2.28)
 審査請求日 平成20年4月7日 (2008.4.7)
 (31) 優先権主張番号 100 40 827.3
 (32) 優先日 平成12年8月21日 (2000.8.21)
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

(73) 特許権者 508020155
 ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロピア
 BASF SE
 ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
 D-67056 Ludwigshafen, Germany
 (74) 代理人 100061815
 弁理士 矢野 敏雄
 (74) 代理人 100099483
 弁理士 久野 琢也
 (74) 代理人 100114890
 弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 無水フタル酸を製造する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

伝熱媒体によってサーモスタット調節された多管式反応器内で、層状に配置された異なる2つの固定床触媒でキシレン、ナフタレンまたはこれらの混合物の気相酸化によって無水フタル酸を製造する方法において、流れ方向で見て、第2の触媒層内の最高温度が第1の触媒層内の最高温度よりも少なくとも52℃低く、第1の触媒層内の最高温度と第2の触媒層内の最高温度との温度差を、第1の触媒層の充填物長さが、両触媒の充填物の全長の60%よりも大きいこれらの触媒層の充填物の長さ比によって制御するか、または第1の触媒層内の最高温度と第2の触媒層内の最高温度との温度差を、伝熱媒体の温度によって制御し、その際、伝熱媒体の温度が、360℃以下であり、
気相1Nm³あたりo-キシレンおよび/またはナフタレン80～140gの負荷量を有する気相を使用する、無水フタル酸を製造する方法。

【請求項 2】

第2の触媒層内の最高温度が、第1の触媒層内の最高温度よりも少なくとも55℃低い、請求項1記載の方法。

【請求項 3】

第2の触媒層内の最高温度が、第1の触媒層内の最高温度よりも少なくとも60℃低い、請求項1記載の方法。

【請求項 4】

第1の触媒層の充填物長さが、両触媒の充填物の全長の75%よりも大きい、請求項1

から3までのいずれか1項記載の方法。

【請求項5】

第1の触媒層内の最高温度が、470よりも低い、請求項1から4までのいずれか1項記載の方法。

【請求項6】

ガス混合物の空間速度が、 2000 h^{-1} 以上である、請求項1から5までのいずれか1項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、伝熱媒体によってサーモスタット調節された多管式反応器内で、層状に配置された異なる2つの固定床触媒を利用でキシレン、ナフタレンまたはこれらの混合物の気相酸化によって無水フタル酸を製造する方法に関する。

10

【0002】

公知のように、無水フタル酸は、工業的には、多管式反応器内でのo-キシレンまたはナフタレンの、接触気相酸化によって製造される。出発材料は、分子状酸素を含有するガス、たとえば空気と、酸化すべきo-キシレンおよび/またはナフタレンとからなる混合物である。この混合物は、反応器内に配置された多数の管（多管式反応器）を通して導入され、これらの管内には、少なくとも1つの触媒の充填物が存在している。温度制御のために、管は、伝熱媒体、たとえば塩溶融物によって取り囲まれている。しかし、触媒充填物中には、局所的な温度極大（ホットスポット）が生じることがあり、これらのホットスポットは、触媒充填物の別の部分よりも高い温度を有している。これらのホットスポットは、出発材料の完全燃焼のような副反応の誘因となってしまうか、または反応生成物から分離不能なまたは多大なコストもしくは手間をかけないと分離できない不都合な副生成物の形成を招いてしまう。さらに、触媒は、所定のホットスポット温度以上では不可逆的に損傷することがある。

20

【0003】

ホットスポット温度は、通常、400～500の温度領域、特に410～460の温度領域にある。500を越えるホットスポット温度は、到達可能なPSA収量および触媒の寿命の著しい低下を招く。これに対して、ホットスポット温度が過度に低いと、無水フタル酸中に亜酸化生成物（特にフタリド）の含有量が過度に大きくなってしまい、これによって、製品の品質は決定的に損なわれる。ホットスポット温度は、空気流のキシレンの負荷量、キシレン/空気混合物の触媒への負荷、触媒の劣化状態、固定床反応器固有の熱伝導率（反応管、塩浴）および塩浴温度に依存する。

30

【0004】

これらのホットスポットを低減させるためには、様々な手段とられており、これらの手段は、特に、DE2546268A、EP286448A、DE2948163A、EP163231A、DE4109387A、WO98/37967およびDE19823362Aに記載されている。特に、DE4013051Aに記載されているように、異なる活性を有する触媒を層状に触媒充填物中に配置し、この場合、通常、活性のより小さい触媒がガス入口側に、より活性な触媒がガス出口側に設けられているようにする。この方法は、2段階の塩浴を使用して行い、第1の反応領域の塩浴温度を、反応混合物の流れ方向で見て第2の反応領域の塩浴温度よりも2～20だけ高く保つ。この場合、第1の反応領域の触媒容積は30～75体積%であり、第2の反応領域の触媒容積は25～70体積%である。第1の反応領域内のホットスポットの温度は、第2の反応領域内のホットスポットの温度よりも高い。ホットスポットの温度の差は、上記刊行物中の実施例で述べられている運転形式では、50よりも極めて小さくなっている。

40

【0005】

DE2830765Aには、2つの反応領域に存在する触媒を用いた無水フタル酸の製造にも適した多管式反応器が記載されている。この場合、ガス入口から見て第2の反応領域内の反応温度は、第1の反応領域内の反応温度よりも高くなっている。

50

【 0 0 0 6 】

また、DE 2 9 4 8 1 6 3 A には、層状に配置された異なる 2 つの触媒を使用して無水フタル酸を製造する方法が記載されていて、この場合、第 1 の層の触媒は触媒層の全長の 3 0 ~ 7 0 %、第 2 の層の触媒は触媒層の全長の 7 0 ~ 3 0 % をなしており、これにより、ホットスポットの温度を低下させようとしている。しかし、無水フタル酸の収量自体は、この刊行物で使用されているような出発ガス混合物中の *o* - キシレンの低い負荷量（最大 8 5 g / N m³）では改善すべき点があることが示されている。同様の開示内容が、DE 3 0 4 5 6 2 4 A にも記載されている。

【 0 0 0 7 】

DE 1 9 8 2 3 2 6 2 には、層状に互いに重ねて配置された少なくとも 3 つのシェル触媒を使用して無水フタル酸を製造する方法が記載されており、この場合、触媒活性は、層から層へガス入口側からガス出口側に向かって大きくなっている。触媒間でのホットスポット温度の差は、この方法では、最大で 1 0 である。

【 0 0 0 8 】

本発明の課題は、*o* - キシレンまたはナフタレン負荷量が高い場合および空間速度が大きい場合にも、無水フタル酸を高い収量で得られるような、無水フタル酸を製造する方法を提供することである。

【 0 0 0 9 】

驚くべきことに、層状に配置された異なる活性を有する 2 つの触媒を利用した無水フタル酸製造を、ガス入口から（流れ方向に）見て第 2 の触媒層中のホットスポット温度が第 1 の触媒層中のホットスポット温度よりも少なくとも 5 2 低くなるように制御することにより、上記課題が解決されることが判明した。

【 0 0 1 0 】

したがって、本発明の対象は、伝熱媒体によってサーモスタット調節された多管式反応器内で、層状に配置された異なる 2 つの固定床触媒でキシレン、ナフタレンまたはこれらの混合物の気相酸化によって無水フタル酸を製造する方法において、この場合、この方法を、ガス入口から見て第 2 の触媒層内の最高温度（ホットスポット温度、つまり局所的に限定された触媒層内の最高温度の箇所）が、第 1 の触媒層内の最高温度よりも少なくとも 5 2 低くなっているように行う。

【 0 0 1 1 】

有利には、第 2 の触媒層内の最高温度が、第 1 の触媒層内の最高温度より少なくとも 5 5 、特に少なくとも 6 0 低くなっている。しかし、一般には、第 1 の触媒層内の最高温度が第 2 の触媒層内の最高温度より 7 5 より高く、特に 7 0 より高くないように反応を制御する。したがって、温度差は、5 2 ~ 7 5 の領域にあるのが有利である。

【 0 0 1 2 】

さらに、この方法は、第 1 の触媒層中のホットスポット温度が 4 7 0 より低く、有利には 4 5 0 より低くなっているように行う。

【 0 0 1 3 】

ホットスポット温度の差は、様々な形式で調節可能である。たとえば、出発ガス混合物の入口圧力を 1 0 % までだけ高くすることによって、または酸化のために使用する空気量を 2 0 % までだけ減らすことによって行うことができる。しかし、有利には、温度差の制御は、両触媒の充填物長さ比によって、または、特に両触媒層を異なる塩浴循環によってサーモスタット調節する場合には、伝熱媒体（以下常に、有利な伝熱媒体、つまり塩浴と記載）の温度によって行う。第 1 の触媒層の充填物長さは、有利には、反応管の触媒充填高さ全体の 6 0 % より長く、有利には 7 0 % より長く、特に有利には 7 5 % より長くなっている。

【 0 0 1 4 】

制御のために塩浴温度を使用する場合、塩浴温度を上昇させると、第 1 の触媒層中のホットスポット温度は上昇し、第 2 の触媒層中のホットスポット温度は下降する。したがって、一般に、所望のホットスポット温度差を調節するためには、たとえば 1、2 または 3

10

20

30

40

50

のわずかな上昇または下降で十分である。両触媒層を異なる塩浴循環によって調温する場合には、上側の塩浴循環、つまり第1の触媒層を調温する塩浴循環を、有利には、下側の塩浴循環よりも1～5 高い温度で運転する。別の方法としては、第2の触媒層を調温する塩浴の温度を、20 までだけ低下させる。

【0015】

触媒の寿命は、一般には、ほぼ4～5年である。一般に、触媒の活性はしだいにいくらか弱まっていく。これにより、ホットスポット温度差は、52 の最低値にまで落ちることがある。しかし、低くなってしまった温度差は、前述のように塩浴温度を上昇させることによって、再び52 より大きい値に調節することができる。有利には、この方法を、このホットスポット温度差が触媒寿命の始めの50%、特に少なくとも始めの70%、特に有利には少なくとも90%の間で保持されるように行うが、触媒の全寿命の間で保持されるように行うと、特に有利である。

10

【0016】

ホットスポット温度の測定は、公知のように、たとえば多数の熱電対を反応器内に組付けることによって行われる。

【0017】

触媒としては、酸化物の担体触媒が適している。o-キシレンまたはナフタレンの気相酸化によって無水フタル酸を製造するためには、ケイ酸塩、炭化ケイ素、磁器、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、二酸化スズ、ルチル、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム（ステアタイト）、ケイ酸ジルコニウムまたはケイ酸セリウムまたはこれらの混合物からなる、球状、環状またはシェル状の担体を使用する。触媒活性成分としては、一般に、特にアナターゼ変態の形の二酸化チタンの他に、五酸化バナジウムが使用される。さらに、この触媒活性材料中には、少量の別の多くの酸化物が微量に含まれていてよく、これらの酸化物は、助触媒として、たとえば触媒の活性を低めるまたは高めることにより触媒の活性および選択性に影響を与える。このような助触媒は、たとえばアルカリ金属酸化物、酸化タリウム（I）、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化鉄、酸化ニッケル、酸化コバルト、酸化マンガン、酸化スズ、酸化銀、酸化銅、酸化クロム、酸化モリブデン、酸化タングステン、酸化イリジウム、酸化タンタル、酸化ニオブ、酸化ヒ素、酸化アンチモン、酸化セリウムおよび五酸化リンである。アルカリ金属酸化物は、たとえば、活性を低めて選択性を高める助触媒として作用し、これに対して、リン酸化物、特に五酸化リンは、触媒の活性を高めるが、その選択性を低める。有用な触媒は、たとえば、DE 2 5 1 0 9 9 4、DE 2 5 4 7 6 2 4、DE 2 9 1 4 6 8 3、DE 2 5 4 6 2 6 7、DE 4 0 1 3 0 5 1、WO 9 8 / 3 7 9 6 5 および WO 9 8 / 3 7 9 6 7 に記載されている。特に、触媒活性材料がシェル状に担体に塗布された、いわゆるシェル触媒が有利であることが知られている（たとえばDE 1 6 4 2 9 3 8 A、DE 1 7 6 9 9 9 8 A および WO 9 8 / 3 7 9 6 7 参照）。

20

30

【0018】

活性のより小さい触媒は、反応ガスがまずこの触媒と接触してこれに続いてようやく第2の層内の活性な触媒と接触するように、固定床に配置する。これらの異なる活性を有する触媒は、同じ温度にまたは異なる温度にサーモスタット調節することができる。一般に、第1の、ガス入口側に設けられた触媒層では、アルカリ金属酸化物でドーブされた触媒が、第2の反応領域では、より少ないアルカリ金属酸化物および/リン化合物および/または別の助触媒でドーブされた触媒を使用する。

40

【0019】

特に有利には、触媒は次のような組成を有している。

【0020】

第1の層：

五酸化バナジウム 3～5 質量%

アルカリ金属酸化物、たとえば酸化セシウム 0.1～1 質量%

二酸化チタン 94～96.9 質量%

50

第2の層：

五酸化バナジウム 6～9質量%

アルカリ金属酸化物、たとえば酸化セシウム 0～0.3質量%

五酸化リン（Pとして計算） 0.05～0.4質量%

場合によっては別の助触媒、特に Sb_2O_3 1～5質量%

二酸化チタン 85.3～93.95質量%

一般に、反応は、第1の反応領域で、反応ガス中に含まれるo-キシレンおよび/またはナフタレンの大部分が反応するように行う。

【0021】

この反応のために、触媒を多管式反応器内の管に層状に充填する。このように調整された触媒充填物によって、反応ガスは、一般に300～450の温度で、有利には320～420、特に有利には340～400の温度で、一般に0.1～2.5bar、有利には0.3～1.5barのゲージ圧で、また、一般に750～5000 h^{-1} 、有利には2000～5000 h^{-1} の空間速度で導入する。触媒に供給する反応ガス（出発混合物）は、一般に、酸素の他に蒸気、二酸化炭素および/または窒素のような、なお適当な反応調節剤および/または希釈剤を含有しうる、分子状の酸素を含有する気体と、酸化すべきo-キシレンまたはナフタレンとの混合によって得られる。反応ガスは、一般には、1～100モル%、有利には2～50モル%、特に有利には10～30モル%の酸素を含んでいる。また一般に、反応ガスは、5～140 g/Nm^3 、有利には60～120 g/Nm^3 、特に有利には、80～120 g/Nm^3 のo-キシレンおよび/またはナフタレンが負荷されている。

【0022】

所望であれば、無水フタル酸の製造のために、DE19807018またはDE2005969Aに記載されているように、後続する仕上げ反応器をさらに設けることもできる。この場合、有利には、触媒として、第2の層の触媒と比較してさらにより活性な触媒を使用する。特にこの触媒は、次のような組成を有している。

【0023】

五酸化バナジウム 6～9質量%

活性を促進させる助触媒、特に Sb_2O_3 1～5質量%

五酸化リン（Pとして計算） 0.1～0.5質量%

二酸化チタン 85.5～92.9質量%

本発明による方法は、o-キシレンおよび/またはナフタレンの負荷量が多い場合および空間速度が多い場合にも、無水フタル酸を高い収量で、副生成物、特にフタリドの濃度を小さいままで製造できるという利点を有する。本発明による方法の条件下では、フタリド濃度は、PSAに対して0.1質量%より高くない。また、本発明による方法の利点は、使用する触媒系が劣化によって活性を失う場合に、特に効力を発揮する。長い運転時間後でも、第2の触媒層内のホットスポットの温度はわずかしき上昇しない。

【0024】

本発明による温度制御は、たとえばアクリル酸（プロペンから）、無水マレイン酸（ベンゼン、ブテンまたはブタジエンから）、ピロメリト酸無水物（ジュレンから）、安息香酸（トルエンから）、イソフタル酸（m-キシレンから）、テレフタル酸（p-キシレンから）、アクロレイン（プロペンから）、メタクリル酸（イソブテンから）、ナフトキノ（ナフタレンから）、アントラキノン（アントラセンから）、アクリルニトリル（プロペンから）、メタクリルニトリル（イソブテンから）のような他の生成物を接触気相酸化によって製造する場合にも有用である。

【0025】

以下に、本発明を実施例により詳細に説明するが、これらの実施例は本発明を制限するものではない。

【0026】

実施例

1) 触媒 I - I I I の製造

触媒 I

外径 8 mm、長さ 6 mm および壁厚 1.5 mm であるステアタイト (ケイ酸マグネシウム) リング 50 kg を、コーティングドラム内で 160 ° に加熱して、 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ の BET 表面積を有するアナターゼ 28.6 kg、シュウ酸バナジル 2.19 kg、硫酸セシウム 0.176 kg、水 44.1 kg およびホルムアミド 9.14 kg からなる懸濁液を、塗布した層の重量が製造した触媒の全重量の 10.5 % になる (450 ° での焼成後) まで噴霧した。

【0027】

このようにして塗布した触媒活性材料、つまり触媒シェルは、バナジウム 4.0 質量 % (V_2O_5 として計算)、セシウム 0.4 質量 % (Cs として計算) および二酸化チタン 95.6 質量 % からなっている。

【0028】

触媒 I I

外径 8 mm、長さ 6 mm および壁厚 1.5 mm であるステアタイト (ケイ酸マグネシウム) リング 50 kg を、コーティングドラム内で 160 ° に加熱して、 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ の BET 表面積を有するアナターゼ 28.6 kg、シュウ酸バナジル 4.11 kg、三酸化アンチモン 1.03 kg、リン酸二水素アンモニウム 0.179 kg、硫酸セシウム 0.045 kg、水 44.1 kg およびホルムアミド 9.14 kg からなる懸濁液を、塗布した層の重量が製造した触媒の全重量の 10.5 % になる (450 ° の焼成後) まで噴霧した。

【0029】

このようにして、塗布した触媒活性材料、つまり触媒シェルは、リン (P として計算) 0.15 質量 %、バナジウム (V_2O_5 として計算) 7.5 質量 %、アンチモン (Sb_2O_3 として計算) 3.2 質量 %、セシウム (Cs として計算) 0.1 質量 % および二酸化チタン 89.05 質量 % からなっている。

【0030】

触媒 I I I

外径 8 mm、長さ 6 mm および壁厚 1.5 mm であるステアタイト (ケイ酸マグネシウム) リング 50 kg を、コーティングドラム内で 160 ° に加熱して、 $11 \text{ m}^2/\text{g}$ の BET 表面積を有するアナターゼ 28.6 kg、シュウ酸バナジル 3.84 kg、三酸化アンチモン 0.80 g、リン酸二水素アンモニウム 0.239 kg、水 44.1 kg およびホルムアミド 9.14 kg からなる懸濁液を、塗布した層の重量が製造した触媒の全重量の 12.5 % になる (450 ° での焼成後) まで噴霧した。

【0031】

このようにして、塗布した触媒活性材料、つまり触媒シェルは、リン (P として計算) 0.2 質量 %、バナジウム (V_2O_5 として計算) 7.0 質量 %、アンチモン (Sb_2O_3 として計算) 2.5 質量 % および二酸化チタン 90.3 質量 % からなっている。

【0032】

2) o - キシレンの酸化

2a) P S A の製造 - 本発明による場合と比較例 (充填物長さのバリエーションによるホットスポット温度差の調節)

下方から上方へ、10 L の管反応器 (標準管 99 本、温度管 2 本) 内で、それぞれ、触媒 I I (比較例: 1.30 m; 本発明による: 0.70 m) と、これに続いて触媒 I (比較例: 1.70 m; 本発明: 2.30 m) とを、長さ 3.60 m であって 25 mm の内径を有する各鉄管 (温度管の場合は 29 mm、内径 10 mm の熱電対シースを備え、30 倍の熱電対 (すべて長さ 10 cm) が組み込まれている) 内に充填した。圧力調整によって、各管入口では同じ入口圧力を示すようになっている。場合によっては、99 本の標準管では、さらにいくらか触媒 I を添加するかもしれないが、その一方で、2 本の温度管では、ステアタイト球もしくは石英球の形の内部材料を添加することによって圧力調整が

10

20

30

40

50

得られた。鉄管は、温度制御のために、塩溶融物によって周りを取り囲まれており、この塩溶融物は、分離された2つの塩浴内に存在している。下側の塩浴は、下側の管底から高さ1.30mまで管を取り囲んでおり、上側の塩浴は、高さ1.30mから上側の管頂まで管を取り囲んでいる。この管を通して毎時間上から下へ、98.5質量% α -キシレンの負荷量が空気1Nm³あたり100g(約2ヶ月のランニングアップ時間後)である空気を管1本あたり4.0Nm³導入した。主反応器を出た後のこの未処理の生成ガス流を、280~290 に冷却し、さらに100kgの触媒IIIを充填した断熱された仕上げ反応器(内径0.45m、高さ0.99m)に通した。

【0033】

この場合、下の表にリストアップしたデータが得られた。(運転日数=触媒の最初の始動からの運転日数; SBT上側=反応器入口側に設けられた塩浴の塩浴温度; SBT下側=反応器出口側に設けられた塩浴の塩浴温度; HS上側=反応器入口側に設けられた触媒のホットスポット温度; HS下側=反応器出口側に設けられた触媒のホットスポット温度; PHD-もしくはキシレン含有量=仕上げ反応器を通した後の未処理の生成ガスの、無水フタル酸に対するフタリド-もしくはキシレンの含有量; PSA収量=仕上げ反応器を通した後の未処理の生成ガスの分析による、100%キシレンに対する質量%で示したPSA収量)

【0034】

【表1】

充填物	運転日数	SBT 上側 / SBT 下側	HS 上側	HS 下側	温度差	PSA 収量
	[d]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[m/m%]
比較例 170/130	100	348/348	434	366	68	113,1
	150	348/348	434	375	57	112,9
	200	348/348	421	390	31	112,0
	250	348/348	419	394	25	111,3
本発明による 230/70	100	348/348	430	362	68	113,3
	150	348/348	431	363	68	113,1
	200	348/348	425	368	57	112,9
	250	348/348	421	371	50	112,7

【0035】

2b) PSAの製造。本発明による。(温度バリエーションと温度ストラクチャリング)

2a)で比較例として運転した触媒の組み合わせで、250dの運転時間後、温度ストラクチャリング(SBT下側を低くまたはSBT上側を高くする)もしくは温度バリエーション(SBT下側およびSBT上側を高くする)によって、温度差が40 より大きくなるように調節した。他の試験条件はすべて、試験2a)に対して変化させなかった。

【0036】

この場合、下の表にリストアップしたデータが得られた。(運転日数=触媒の最初の始動からの運転日数; SBT上側=反応器入口側に設けられた塩浴の塩浴温度; SBT下側=反応器出口側に設けられた塩浴の塩浴温度; HS上側=反応器入口側に設けられた触媒のホットスポット温度; HS下側=反応器出口側に設けられた触媒のホットスポット温度; PHD-もしくはキシレン含有量=仕上げ反応器を通した後の未処理の生成ガスの、無水フタル酸に対するフタリド-もしくはキシレン含有量; PSA収量=仕上げ反応器を通した後の未処理の生成ガスの分析による、100%キシレンに対する質量%で示したPSA収量)

【 0 0 3 7 】

【 表 2 】

充填物 170/130	運転 日数	SBT上側 / SBT 下側	HS 上側	HS 下側	温度差	PSA収量
	[d]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[m/m ³]
比較例（温度ストラクチャリングを行わない場合）	250	348/348	419	394	25	111,3
本発明による（温度上昇させた場合）	252 254	349/349 350/350	428 437	387 381	41 56	112,3 112,5
本発明による（温度ストラクチャリングを行う場合）	256 258 260 262 264	349/348 350/348 348/343 348/338 348/335	429 438 419 418 419	385 379 381 370 365	44 58 38 48 54	112,5 112,8 112,0 112,9 113,1

10

【 0 0 3 8 】

2 a) に示した結果によれば、温度差が 5 2 よりも大きくなっている場合には、P S A 収量は、ホットスポット温度差と相関関係にある、つまり、実際の関連の運転条件下で高い収量で P S A が得られる。

20

【 0 0 3 9 】

2 b) に示した結果によれば、ホットスポット温度差が小さすぎる場合には、上側の塩浴温度と下側の塩浴温度とを同時にわずかに高くするか、または上側の塩浴温度は一定のまま下側の塩浴温度を下げて、これによりホットスポット温度差を 5 2 よりも高くすることで十分である。

フロントページの続き

- (72)発明者 ペーター ロイター
ドイツ連邦共和国 マンハイム カール - マルクス - シュトラーセ 4 3
- (72)発明者 ギド フォイト
ドイツ連邦共和国 フラインスハイム ボルンガッセ 1 3
- (72)発明者 トーマス ハイデマン
ドイツ連邦共和国 ヴァインハイム ヒンター デン ゲルテン 9

審査官 砂原 一公

- (56)参考文献 特開昭 5 5 - 0 7 3 6 7 5 (J P , A)
特開昭 5 4 - 0 2 1 9 6 6 (J P , A)
特開平 0 4 - 2 2 4 5 7 3 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 0 7 D 3 0 7 / 8 9
C 0 7 B 6 1 / 0 0